

Trabalho de Conclusão de Curso

**INFLUÊNCIA DE RADIOPACIFICADORES NA  
SOLUBILIDADE E DESINTEGRAÇÃO DOS  
MTA'S**

Jean Sérgio da Silva



**Universidade Federal de Santa Catarina  
Curso de Graduação em Odontologia**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA**

Jean Sérgio da Silva

**INFLUÊNCIA DE RADIOPACIFICADORES NA  
SOLUBILIDADE E DESINTEGRAÇÃO DOS MTA'S**

Trabalho apresentado à Universidade  
Federal de Santa Catarina, como  
requisito para a conclusão do Curso de  
Graduação em Odontologia  
Orientadora: Prof. Dra. Maria  
Helena Pozzobon  
Co-Orientor: Prof. Dr. Eduardo  
Antunes Bortoluzzi

Florianópolis

2012



Jean Sérgio da Silva

**INFLUÊNCIA DE RADIOPACIFICADORES NA  
SOLUBILIDADE E DESINTEGRAÇÃO DOS MTAS**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado, adequado para obtenção do título de cirurgião-dentista e aprovado em sua forma final pelo Departamento de Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 17 de outubro de 2012.

**Banca Examinadora:**

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Maria Helena Pozzobon  
Orientadora  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Msc. Maybell Tedesco  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Msc. Josiane de Almeida  
Universidade Federal de Santa Catarina



Dedico esta minha nova conquista a MINHA MÃE, Jane e a todos que acreditaram e depositaram confiança em mim durante esta caminhada.

Amo Vocês !





## AGRADECIMENTOS

Viver este momento é algo que poucos sentimentos podem explicar: Poder concretizar o tão esperado e conquistado sonho. Cheguei onde estou graças a pessoas especiais que acreditaram e incentivaram-me a buscar meus objetivos. Quero agradecer a DEUS pela força, persistência, por me mostrar o caminho mais fácil e os mais difíceis, pelos quais me fizeram amadurecer e crescer como ser humano.

A minha MÃE, Jane, meu grande e sincero amor, agradeço-te eternamente pelo que fizeste por mim. Por saber me orientar, guiar em momentos de confusão, de lucidez, de mostrar-me que a vida se faz com respeito ao ser humano, que amar aquilo que a gente faz é essencial em todos os mínimos sentimentos. Obrigado pela educação, que mesmo em momentos de dificuldades que passamos, sempre conseguimos superá-las com cabeça erguida. Hoje tenho certeza que qualquer situação em nossas vidas serão superadas com todo nosso aprendizado que adquirimos. Hoje sou o filho que amo a mãe mais perfeita e linda que papai do céu pôde me dar. TE AMO PARA O RESTO DA MINHA VIDA !!!

Marília, minha eterna e apaixonante NOIVA, por ti me apaixonei no meio desta caminhada, mostraste-me que esse caminho escolhido a gente pode fazer com amor, com muita alegria, com muito respeito e companheirismo. Ter alguém como você ao meu lado foi tudo que desejei em todos os meus sonhos. Achei que Deus me daria uma pedra para poder lapidar, e, ao contrário do que aconteceu, ele “lá de cima” me presenteou com um lindo brilhante; pelo qual olho todos os dias, guardo-te em meu coração quando estou distante de ti para poder lembrar-me deste teu rosto lindo e poder respirar o ar tentando achar teu perfume. Desculpa-me pelas ausências em momentos que não pude estar integralmente ao teu lado. Sei que este é apenas um passo para podermos conquistar nossos objetivos juntos. SOU O FUTURO ESPOSO MAIS FELIZ DO MUNDO. TE AMO ETERNAMENTE !!!

A vocês meus Avós queridos (Anísio e Alice) que junto com minha mãe criaram-me, deram-me carinho, respeito, zelaram pelo meu conforto. Vocês são a fortaleza de um amor de vidas passadas. Estar pertinho de seus braços é a renovação de maturidade e inspiração para seguir a vida. Sou grato por tudo que fizeram por mim. AMO VOCÊS!!

A todos os tios e tias que nesta caminhada deram-me ensinamentos e orientações; vocês fazem parte deste sonho. Obrigado pelas conversas e pelas boas risadas. Agradeço aos meus sogros (Arnaldo e Marisa) pelo acolhimento, carinho e amizade. Estar com vocês é uma benção de Deus.

A ti, meu amigo Filipe, você é o irmão que a vida me deu. Pude confiar em teus conselhos; você me deu o ombro quando eu mais precisava, aturou meus sofrimentos e nunca se ausentou deste irmão. OBRIGADO POR TUDO, AMIGO. TE AMO !!!

Deixo meu abraço aos professores da disciplina de Endodontia da UFSC, especialmente os professores Eduardo e Maria Helena. Obrigado pela oportunidade de conviver pertinho de vocês. Vocês foram formadores do meu processo acadêmico. Hoje sou um homem mais feliz e maduro.

Obrigado a todos que torceram, sofreram, acreditaram e sonharam comigo este grande filme.

BEIJO NO CORAÇÃO DE TODOS, OBRIGADO !!!

## RESUMO

O MTA apresenta como radiopacificador o óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), que tem recebido críticas por não participar da presa do material e torná-lo mais poroso. Por este motivo, substâncias, como o óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ), tem sido sugeridas como substitutas ao  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência de dois radiopacificadores ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$ ) na solubilidade e desintegração do MTA e do cimento Portland. Foram utilizados anéis de teflon, com 4 mm de espessura e 12 mm de diâmetro, preenchidos com os cimentos. Após a presa, as amostras foram pesadas ( $P_{H0}$ ) e depois de 24 h, em dessecador, foram pesadas novamente ( $P_{D0}$ ). Em seguida as amostras foram imersas em água deionizada por 7 e 28 dias. Passados os períodos, os mesmos procedimentos foram realizados obtendo novos pesos ( $P_{H7d}$ ,  $P_{D7d}$ ,  $P_{H28d}$  e  $P_{D28d}$ ). A solubilidade e desintegração dos cimentos corresponderam à perda de massa identificada pelo peso de cada amostra, expressa como percentual de peso perdido em comparação ao peso original. Para análise estatística foi empregado o teste ANOVA two-way, em cada período, e o de Tukey HSD para localizar as diferenças significativas ( $\alpha=5\%$ ). Ambos os cimentos com  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , hidratados ou desidratados apresentaram solubilidade nos períodos avaliados, exceto em 28 dias ( $p<0,05$ ). O MTA com  $\text{ZrO}_2$  foi solúvel quando avaliado hidratado e desidratado, exceto em 28 dias desidratado. O cimento Portland com  $\text{ZrO}_2$  foi solúvel somente quando avaliado desidratado. Houve maior solubilidade dos cimentos quando o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  foi empregado. Os cimentos acrescidos de  $\text{ZrO}_2$  apresentaram menor solubilidade. Devido as críticas sobre o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e os resultados encontrados neste estudo, mais as boas características do  $\text{ZrO}_2$ , acreditamos que o  $\text{ZrO}_2$  é uma alternativa viável para substituir o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  na composição do MTA e como radiopacificador para o cimento Portland.

**Palavras-chave:** agregado de trióxido mineral, cimento Portland, MTA, óxido de bismuto, óxido de zircônio, radiopacificadores.



## ABSTRACT

The MTA has radiopacifier as bismuth oxide ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), which has received criticism for not participating in the cure of the material and make it more porous. For this reason substances such as zirconium oxide ( $\text{ZrO}_2$ ), have been suggested as a substitute to  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . The objective of this study was to evaluate the influence of two radiopacifiers ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$  and  $\text{ZrO}_2$ ) in the solubility and disintegration of the MTA and Portland cement. Teflon rings were used, with 4 mm thick and 12 mm in diameter, filled with cement. After setting, the samples were weighed (PH0), and after 24 hours in a desiccator were weighed again (PD0). Then the samples were immersed in deionized water for 7 and 28 days. After those periods, the same procedures were performed by obtaining new weights (PH7d, PD7d, and PH28d PD28d). The solubility and disintegration of the cement corresponded to the mass loss identified by weight of each sample, expressed as percentage of weight loss compared to original weight. For statistical analysis we employed the two-way ANOVA for each period, and Tukey's HSD to identify significant differences ( $\alpha = 5\%$ ). Both cements containing  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , hydrated or dehydrated showed solubility in periods, except at 28 days ( $p < 0.05$ ). The MTA was soluble with  $\text{ZrO}_2$  hydrated and dehydrated when evaluated, except for 28 days dehydrated. Portland cement with  $\text{ZrO}_2$  soluble was evaluated only when dehydrated. There was a higher solubility of the cements when the  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  was employed. The cement plus  $\text{ZrO}_2$  showed lower solubility. Due to criticism of  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  and the results found in this study, the more the good characteristics of  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  believe that is a viable alternative to replace the  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  in the composition of the MTA and how radiopacifier for Portland cement.

**Keywords:** mineral trioxide aggregate, Portland cement, MTA, bismuth oxide, zirconium oxide, radiopacifiers.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema da sequência de pesagens das amostras nos períodos experimentais do teste de solubilidade e desintegração.....	26
---	----

## LISTA DE TABELAS

- Tabela 1 – Proporções e siglas dos cimentos .....25
- Tabela 2 – Tamanho da amostra (n), médias, desvios-padrão (DP), erro-padrão (EP), valores mínimo e máximo da variação de pesos das amostras avaliadas hidratadas (em porcentagem).....27
- Tabela 3 – Médias, desvios-padrão e resultados dos testes estatísticos para comparação do percentual de solubilidade após 7 e 28 dias de armazenamento dos grupos.....28
- Tabela 4 – Tamanho da amostra (n), médias, desvios-padrão (DP), erro-padrão (EP), valores mínimo e máximo da variação dos pesos das amostras avaliadas desidratadas (em porcentagem).....29
- Tabela 5 – Médias, desvios-padrão e resultados dos testes estatísticos para comparação do percentual de solubilidade após 7 e 28 dias de armazenamento dos grupos.....29



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MTA - agregado de trióxido mineral

CPB – cimento Portland branco

$\text{Bi}_2\text{O}_3$  - óxido de bismuto

$\text{ZrO}_2$  - óxido de zircônio

CPB (OZ) – cimento Portland branco com óxido de zircônio

MTA (OZ) – agregado de trióxido mineral com óxido de zircônio

MTA (OB) – agregado de trióxido mineral com óxido de bismuto

CPB (OB) – cimento Portland branco com óxido de bismuto

$P_{H0}$  = peso inicial da amostra hidratada após 3x o tempo de presa

$P_{D0}$  = peso inicial da amostra desidratada após 3x o tempo de presa

$P_{H7d}$  = peso da amostra após 7 dias de hidratação

$P_{D7d}$  = peso da amostra desidratada após 7 dias de hidratação

$P_{H28d}$  = peso da amostra após 28 dias de hidratação

$P_{D28d}$  = peso da amostra desidratada após 28 dias de hidratação

URA = umidade relativa do ar

D = dessecador



## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	<b>21</b>
<b>2. OBJETIVOS</b>	<b>23</b>
2.1 Objetivo Geral	23
2.2 Objetivo Específico	23
<b>3. METODOLOGIA</b>	<b>25</b>
3.1 Teste de solubilidade e desintegração	25
<b>4. RESULTADOS</b>	<b>27</b>
4.1 Análise da solubilidade	27
4.2 Amostras hidratadas	27
4.3 Amostras desidratadas	28
<b>5. DISCUSSÃO</b>	<b>31</b>
<b>6. CONCLUSÕES</b>	<b>35</b>
<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>37</b>



## 1. INTRODUÇÃO

O agregado de trióxido mineral (MTA), um dos materiais mais pesquisados em Endodontia, apresenta como principais indicações o selamento de perfurações e o preenchimento de cavidades retrógradas em cirurgias pararendodônticas (Lee et al. 1993, Torabinejad & Chivian 1999) devido a sua boa capacidade seladora (Bates et al. 1996, Fischer et al. 1998, Wu et al. 1998, Aqrabawi 2000, Fogel & Peikoff 2001, Tang et al. 2002), biocompatibilidade (Torabinejad et al. 1995, Koh et al. 1997, Thomson et al. 2003, Aeinehchi et al. 2003, Menezes et al. 2004, Felipe et al. 2006) e por estimular a formação de tecido mineralizado (Holland et al. 1999, Moretton et al. 2000, Sarkar et al. 2005).

O MTA de cor cinza inicialmente comercializado com o nome de ProRoot (Dentsply Tulsa Dental, Oklahoma, CA, USA), atualmente apresenta nova fórmula e cor branca. Tanto o MTA cinza quanto o branco são constituídos de 75% de clínquer de cimento Portland, 5% de sulfato de cálcio diidratado (gesso) e 20% de óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) responsável pela radiopacidade do material (Estrela et al. 2000).

Uma indústria brasileira (Ângelus Soluções Odontológicas) também desenvolveu um MTA de cor cinza e um de cor branca, que receberam os nomes de MTA-Angelus e MTA Branco, respectivamente. A diferença de cor se deve, principalmente, a menor porcentagem de trióxido de ferro no MTA Branco (Asgary et al. 2005). A mudança da cor ampliou sua indicação para áreas estéticas, principalmente em dentes anteriores (Bortoluzzi et al. 2007). Segundo o fabricante (Angelus 2006), o MTA Branco apresenta 80% de cimento Portland e 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , porém é isento de gesso, substância utilizada para retardar o tempo de presa do cimento Portland (Angelus 2006, Bortoluzzi et al. 2006).

Atualmente, o cimento Portland tem sido avaliado como alternativa ao MTA, devido ao seu baixo custo e ampla disponibilidade (Kim et al. 2008) e tem se mostrado biocompatível e com potencial para ser utilizado como material endodôntico (Menezes et al. 2004; Camilleri et al. 2005; Trindade et al. 2003; Holland et al. 2001; Saidon et al. 2003; Morais et al. 2006). Entretanto, o cimento Portland puro não contém radiopacificador, importante para distinguir o material de estruturas anatômicas, osso e dente (Beyer-Olsen & Orstavik 1981). Em alguns

trabalhos, o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  tem sido adicionado aos cimentos na proporção de 20% (Bortoluzzi et al. 2006 a, Bortoluzzi et al. 2006 b).

Recentemente a adição do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  foi criticada, uma vez que ele não participa da reação de presa do MTA, apresentando-se somente como material de preenchimento (Camilleri et al. 2007). Além disso, tem sido relacionado com a porosidade do cimento Portland (Coomaraswamy et al. 2007), fato que pode implicar em uma maior solubilidade e degradação do cimento (Coomaraswamy et al. 2007). Além disso, estudos mostraram que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  não encoraja o crescimento celular (Camilleri et al. 2004) e está relacionado com a citotoxicidade do cimento sobre células pulpareas humanas (Min et al. 2007).

Neste cenário, novos radiopacificadores já foram propostos para o MTA e cimento Portland, como o iodoformio (Morais et al. 2006) e o sulfato de bário (Bortoluzzi et al. 2005).

Recentemente o óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) ganhou destaque na Odontologia por ser uma biocerâmica. Ele é muito empregado na Prótese e na Implantodontia, apresentando boa tolerância tecidual (Piconi, 1999) e ausência de citotoxicidade (Dion et al., 1994). O  $\text{ZrO}_2$  pode ser utilizado como radiopacificador para o MTA, funcionando como alternativa ao  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . (Duarte et al. 2012)

O efeito citotóxico e de porosidade do MTA podem estar relacionados com a solubilidade do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Por este motivo, o objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e do  $\text{ZrO}_2$  na solubilidade e desintegração do MTA e cimento Portland brancos.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

- Avaliar a influência do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e do  $\text{ZrO}_2$  na solubilidade e desintegração do MTA e cimento Portland branco

### **2.2 Objetivos Específicos**

- Comparar o percentual de solubilidade e desintegração do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  nas amostras hidratadas

- Analisar o percentual de solubilidade e desintegração do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  nas amostras desidratadas





### 3. METODOLOGIA

As proporções de pó/líquido e siglas dos cimentos que foram utilizados nos experimentos são apresentadas na Tabela 1.

**Tabela 1. Proporções e siglas dos cimentos**

<b>Cimentos</b>	<b>Siglas</b>
CPB (0,8 g) + ZrO <sub>2</sub> (0,2 g)	CPB (OZ)
MTA Branco (0,8 g) + ZrO <sub>2</sub> (0,2 g)	MTA (OZ)
MTA Branco (0,8 g) + Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0,2 g)	MTA (OB)
CPB (0,8 g) + Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0,2 g)	CPB (OB)

#### 3.1 Teste de solubilidade e desintegração

Para cada cimento foram utilizados anéis de teflon (n=6), medindo 4 mm de espessura e 12 mm de diâmetro interno com parede de 2 mm (37). Em cada anel, foi realizada uma perfuração com broca carbide n° 2 para passagem de um fio de nylon, que serviu para a sua suspensão. Depois do preenchimento dos anéis com os diferentes cimentos, o conjunto (amostras) foi mantido à estufa a 37° C e umidade relativa de 95%.

Decorrido um intervalo de tempo igual a três vezes o tempo de presa de cada cimento, as amostras foram removidas da estufa, foi feita a remoção dos resíduos ou partículas soltas com uma lixa d'água 600 (3M, Brasil), e após o fio de nylon ser amarrado em cada uma delas, foram pesadas (P<sub>H0</sub>) em uma balança de precisão (AND modelo GR-202, Tokyo Japão). Após 24 h, em dessecador com sílica, cada amostra foi submetido à nova pesagem (P<sub>D0</sub>).

Realizada esta etapa, cada amostra foi suspensa pelo fio e imersas no interior de um recipiente plástico contendo 50 mL de água destilada sendo depois reconduzidas à estufa a 37° C.

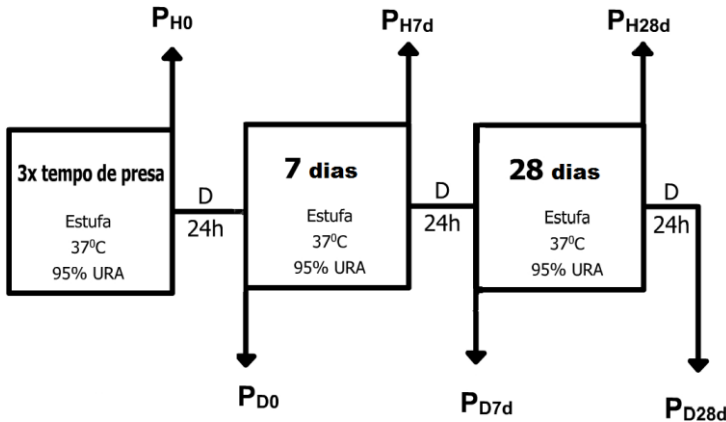
Após 7 dias, as amostras foram removidas da água e pesadas (P<sub>H7d</sub>), e depois de 24 h em dessecador foram novamente pesadas (P<sub>D7d</sub>).

Em seguida, as amostras foram imersas em um novo recipiente plástico com nova quantidade de água destilada (50 mL), e ficaram 28 dias na estufa. Os mesmos procedimentos de pesagem foram realizados no fim desse período, fornecendo os pesos das amostras ( $P_{H28d}$  e  $P_{D28d}$ ) (Figura 1).

A solubilidade e desintegração dos cimentos corresponderam à perda de peso de cada amostra, expressa como percentual do peso perdido em comparação ao peso original.

Os resultados obtidos foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk para verificar se apresentavam distribuição normal, depois ao teste t de student para dados pareados para analisar cada grupo. Para analisar possíveis diferenças estatísticas entre os grupos, em cada período, foi empregado o teste ANOVA e o teste de Tukey HSD para localizar as diferenças, com nível de significância de 5%.

**Figura 1 - Esquema da seqüência de pesagens das amostras nos períodos experimentais do teste de solubilidade e desintegração.**



$P_{H0}$  = peso inicial da amostra hidratada após 3x o tempo de presa;  $P_{D0}$  = peso inicial da amostra desidratada após 3x o tempo de presa,  $P_{H7d}$  = peso da amostra após 7 dias de hidratação;  $P_{D7d}$  = peso da amostra desidratada após 7 dias de hidratação;  $P_{H28d}$  = peso da amostra após 28 dias de hidratação;  $P_{D28d}$  = peso da amostra desidratada após 28 dias de hidratação; URA = umidade relativa do ar; D = dessecador.

## 4. RESULTADOS

Na água, onde as amostras ficaram imersas em cada período experimental, não foram observadas partículas dos cimentos no fundo dos recipientes nem em suspensão. Também não foi observado o turvamento da água. Assim, concluímos que não houve desintegração dos cimentos. Entretanto, constatou-se por meio da pesagem das amostras, que houve a solubilização.

### 4.1 Análise da solubilidade

Os 144 valores de peso dos dois cimentos com diferentes radiopacificadores (hidratados e desidratados) foram avaliados separadamente nos dois períodos experimentais (7 e 28 dias).

### 4.2 Amostras hidratadas

A Tabela 2 apresenta a estatística descritiva do percentual de solubilidade das amostras pesadas hidratadas.

**Tabela 2 - Tamanho da amostra (n), médias, desvios-padrão (DP), erro-padrão (EP), valores mínimo e máximo da variação de pesos das amostras avaliadas hidratadas (em porcentagem).**

Período	Grupo	n	Média	DP	EP	Mínimo	Máximo
7 dias	CPB(OZ)	6	0.56	0.38	0.16	0.18	1.28
	MTA(OZ)	6	-0.70	0.15	0.06	-0.99	-0.56
	MTA(OB)	6	-1.13	0.70	0.29	-2.00	-0.07
	CPB(OB)	6	-0.11	0.13	0.05	-0.25	0.06
28 dias	CPB(OZ)	6	1.45	0.51	0.21	0.93	2.32
	MTA(OZ)	6	-0.83	0.58	0.24	-1.75	-0.37
	MTA(OB)	6	-1.82	1.45	0.59	-0.83	0.44
	CPB(OB)	6	3.82	8.04	3.28	-6.46	13.23

O teste de ANOVA mostrou diferença estatística na solubilidade dos grupos após 7 dias, contudo, não foi constatada diferença em 28 dias ( $p>0,05$ ).

Na tabela 3 observa-se o resultado do teste de Tukey HSD para identificar as diferenças entre os grupos.

**Tabela 3 – Médias, desvios-padrão e resultados dos testes estatísticos para comparação do percentual de solubilidade após 7 e 28 dias de armazenamento dos grupos.**

Grupos	Período		<i>p</i> -valor (teste t)
	7 dias	28 dias	
CPB(OZ)	0.56±0.38 <sup>C</sup>	1.45±0.51 <sup>A</sup>	<0.001
MTA(OZ)	-0.70±0.15 <sup>AB</sup>	-0.83±0.58 <sup>A</sup>	0.567
MTA(OB)	-1.13±0.70 <sup>A</sup>	-1.82±1.45 <sup>A</sup>	0.079
CPB(OB)	-0.11±0.13 <sup>B</sup>	3.82±8.04 <sup>A</sup>	0.287
<i>p</i> -valor (ANOVA)	<0.001	0.114	

Médias seguidas por letras iguais sobrescritas, nas colunas (para comparação entre os grupos), não diferem entre si pelo teste Tukey, ao nível de significância de 5%.

Observa-se na tabela 3 que, após 7 dias, o grupo CPB(OZ) difere estatisticamente dos demais grupos. Os outros grupos apresentaram porcentagens de variação negativa, ou seja, perderam peso. Entre eles, o grupo MTA(OB) apresentou a maior perda de peso. Na avaliação da solubilidade em 28 dias não houve diferença entre os grupos ( $p>0,05$ ).

O teste t para dados pareados identificou diferença significativa na comparação entre os períodos avaliados para o grupo CPB(OZ) ( $p<0,05$ ).

### 4.3 Amostras Desidratadas

A Tabela 4 apresenta a estatística descritiva do percentual de solubilidade das amostras pesadas desidratadas.

**Tabela 4 - Tamanho da amostra (n), médias, desvios-padrão (DP), erro-padrão (EP), valores mínimo e máximo da variação dos pesos das amostras avaliadas desidratadas (em porcentagem).**

Período	Grupo	n	Média	DP	EP	Mínimo	Máximo
7 dias	CPB(OZ)	6	-0.27	0.12	0.05	-0.44	-0.13
	MTA(OZ)	6	-0.94	0.12	0.05	-1.09	0.77
	MTA(OB)	6	-2.86	2.03	0.83	-4.76	0.56
	CPB(OB)	6	-0.90	0.25	0.10	-1.24	-0.56
28 dias	CPB(OZ)	6	-0.32	0.37	0.15	-0.84	0.19
	MTA(OZ)	6	3.62	4.63	1.89	-2.46	7.65
	MTA(OB)	6	3.09	5.55	2.23	-7.92	7.42
	CPB(OB)	6	3.59	8.25	3.37	-7.46	13.62

O teste ANOVA mostrou haver diferença estatística entre os grupos, e o teste de Tukey HSD identificou as diferenças entre eles. Observa-se na Tabela 5 que, após 7 dias, houve maior perda de peso para o MTA(OB), diferindo estatisticamente dos demais grupos ( $p < 0,05$ ). Em 28 dias não houve diferença estatística entre os grupos.

**Tabela 5 – Médias, desvios-padrão e resultados dos testes estatísticos para comparação do percentual de solubilidade após 7 e 28 dias de armazenamento dos grupos.**

Grupos	Período		p-valor (teste t)
	7 dias	28 dias	
CPB(OZ)	-0.27±0.12 <sup>A</sup>	-0.32±0.37 <sup>A</sup>	0.705
MTA(OZ)	-0.94±0.12 <sup>A</sup>	3.62±4.63 <sup>A</sup>	0.060
MTA(OB)	-2.86±2.03 <sup>B</sup>	3.09±5.55 <sup>A</sup>	0.040
CPB(OB)	-0.90±0.25 <sup>A</sup>	3.59±8.25 <sup>A</sup>	0.242
p-valor (ANOVA)	0.002	0.554	

Médias seguidas por letras iguais sobrescritas, nas colunas (para comparação entre os grupos), não diferem entre si pelo teste Tukey, ao nível de significância de 5%.

Quando avaliados os períodos, o teste t mostrou diferença significativa apenas para o grupo MTA(OB) ( $p < 0,05$ ).



## 5. DISCUSSÃO

A solubilidade consiste na capacidade que tem uma substância de se dissolver em outra, e é expressa pela concentração da solução saturada da primeira na segunda. Já desintegração é o ato ou efeito de desintegrar-se, ou seja, separar de um todo.

O teste de solubilidade e desintegração empregado nesta pesquisa seguiu a especificação #57 da ADA (ADA, 1984), porém com algumas modificações. Embora seja recomendado anéis de aço com 20 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de altura para confecção das amostras, foram utilizados nesta pesquisa anéis de teflon com 12 mm de diâmetro interno e 4 mm de altura, seguindo a metodologia sugerida por Bozeman et al. (2006), com a intenção de diminuir o volume de material e aumentar sua retenção dentro do anel.

A solubilidade está diretamente relacionada à dissociação dos componentes do material e a consequente dissolução dos mesmos no líquido circundante. Nela não existe partícula em suspensão, ou seja, o solvente permanece límpido, enquanto que na desintegração existe a liberação de partículas do corpo de prova, que ficam em suspensão (o solvente torna-se turvo). Por este motivo, o tamanho e a forma das amostras são importantes, pois quanto maior a área de contato entre material e líquido maior será a possibilidade de dissolução, originando maior solubilidade. Em contrapartida, a quantificação da solubilidade é realizada em função da diferença do peso da amostra antes e após o período de imersão, independentemente do tamanho da amostra. Portanto, deve-se ter cuidado ao comparar os estudos que utilizaram amostras de dimensões diferentes (Fridland, Rosado, 2003; Chng et al., 2005; Islam et al., 2006; Danesh et al., 2006).

Como se deseja obter um cimento obturador que sofra o menos possível tanto solubilidade quanto desintegração, a especificação #57 da ADA (ADA, 1984) abrangeu em um só teste as duas situações, sendo aceitáveis valores de solubilidade menores ou iguais a 3%.

Além disso, foi utilizado um período experimental mais longo do que o recomendado pela ADA (ADA, 1984), de 28 dias, baseado nos trabalhos de Fridland, Rosado (2005) e Danesh et al. (2006), permitindo observar o comportamento dos materiais ao longo do tempo.

Além das possíveis alterações devido às dimensões das amostras e períodos experimentais, o método recomendado pela ADA (ADA, 1984) apresenta uma limitação, de iniciar o teste somente após a presa final dos materiais. Sabe-se que, os materiais, principalmente os

hidrofilicos, podem ter algumas de suas características alteradas em função da umidade e do meio (Lee et al., 2004) e isto acontece durante uma cirurgia, onde os fluidos teciduais interagem com o material antes de sua presa. Provavelmente os índices de solubilização que ocorrem clinicamente diferem dos obtidos.

Novas alternativas de radiopacificadores foram sugeridas para o cimento Portland e, conseqüentemente, para o MTA. Devido aos efeitos negativos observados em estudos anteriores para o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , como falhas dentro da matriz do cimento e diminuição da estabilidade mecânica, implicando em solubilidade e degradação do cimento (Coomaraswamy et al., 2007).

Outros trabalhos mostram que a adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  ao cimento Portland em uma proporção de 20% confere uma boa radiopacidade ao material (Bortoluzzi et al., 2009; Duarte et al., 2009), assim como neste estudo questionou-se as outras propriedades como solubilidade e desintegração. No entanto, sua presença aumentou a porosidade do cimento Portland o que pode ocasionar um aumento na solubilidade e desintegração do material, diminuindo a longevidade deste produto (Coomaraswamy et al., 2007). Assim, radiopacificadores alternativos ao  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  tem sido estudados em associação ao cimento Portland (Bortoluzzi et al., 2009; Camilleri, 2010).

No presente estudo, a pesagem das amostras antes de serem colocadas no dessecador forneceu o valor do peso da água absorvida ( $P_{H0}$ ,  $P_{H7d}$ ,  $P_{H28d}$ ), e possibilitou avaliar a capacidade absorvente dos cimentos. Na verdade, dois processos competitivos tomam lugar, a absorção de água pelos poros dos cimentos e a dissolução. Nas amostras hidratadas, observou-se que o grupo CPB(OZ) ganhou peso nos dois períodos avaliados e houve diferença estatística. Os demais grupos comportaram-se de forma semelhante e perderam peso. Ressalta-se que os grupos MTA(OZ) e MTA(OB) perderam peso em ambos os períodos, e o grupo CPB(OB) perdeu peso aos 7 dias e ganhou após 28 dias em água.

Ao comparar os grupos houve diferença estatística somente no período de 7 dias. O grupo CPB(OZ) apresentou aumento do percentual médio dos pesos, provavelmente devido a um aumento do percentual de peso; e os demais apresentaram porcentagem de variação negativa (perda de peso), havendo diferença estatística ( $p < 0,05$ ). Ao analisar quantitativamente a perda de peso entre os grupos nota-se que MTA(OB) apresentou maior perda, seguida do grupo MTA(OZ) e CPB(OZ), respectivamente.



Entretanto, após 28 dias não houve diferença na solubilidade dos grupos ( $p > 0,05$ ). Neste período o CPB(OB) obteve maior ganho de peso e o MTA(OB) uma maior solubilidade.

Após imersão em água, em cada período experimental, as amostras foram mantidas em um dessecador com sílica renovada por 24 h, e depois pesadas ( $P_{D0}$ ,  $P_{D7d}$ ,  $P_{D28d}$ ). Analisando as amostras desidratadas o MTA(OB) perdeu peso no período de 7 dias, indicando solubilidade, e ganhou peso após 28 dias ( $p < 0,05$ ). Recentemente estudo de Duarte et al., 2012 também comprovou que o MTA (Angelus, Londrina, PR, Brasil) mostrou maior perda de massa entre todos os materiais testados.

Apesar de não existir diferença estatística entre os demais grupos, todas as amostras perderam peso em 7 dias. Resultados semelhantes foram encontrados por Friland, Rosado (2005).

Após 28 dias todos os grupos ganharam peso, exceto o CPB(OZ). Resultados semelhantes foram obtidos por Cutajar et al., (2011), que relataram uma crescente solubilidade do material proporcionalmente ao aumento do teor de  $ZrO_2$ .

Na avaliação dos grupos após 7 dias, todos os grupos perderam peso ( $p < 0,05$ ). Após 28 dias, os grupos não apresentaram diferença estatística ( $p > 0,05$ ), entretanto, mostra-se que grupo CPB(OZ) teve perda de peso enquanto o restante dos grupos um aumento de peso percentual.

Ao comparar as amostras hidratadas com as desidratadas, observa-se que todos os grupos que tiveram perda de peso, ou seja, solubilidade em meio aquoso, e enquadram-se na especificação #57 da ADA, ou seja, solubilização de até 3%.

O comportamento do CPB(OZ) deve ser observado com atenção; quando desidratado, perdeu peso nos períodos avaliados, apresentando solubilidade. Camilleri et al. (2011) demonstraram que o  $ZrO_2$  atua como material inerte e não participa da reação de hidratação do cimento Portland e por este motivo não era esperado haver solubilidade em nosso estudo. Certificado por Duarte et al., 2012 na qual relata que a adição de radiopacificadores como o  $ZrO_2$  não altera a solubilidade do CPB ( $P < 0,05$ ).

As amostras do grupo MTA(OB), quando hidratados, apresentou solubilidade em todos os períodos e, quando desidratados sofreu solubilidade somente no período de 7 dias, indo ao encontro dos resultados de Duarte et al., 2012. O MTA(OB), na análise entre os grupos, mostrou-se o mais solúvel. Embora Torabinejad et al. (1995) terem relatado que a solubilidade do MTA é insignificante, outros

trabalhos mostraram que ela é representativa (Fridland e Rosado, 2003; Islam et al., 2006).

Em comparação ao MTA(OB), os resultados mostraram que o MTA(OZ) apresentou menor perda de peso, ou seja, quando substituí o óxido de bismuto por  $ZrO_2$  a solubilidade do material é reduzida. Isso indica que o  $ZrO_2$  pode ser usado como radiopacificador na composição do MTA.

O uso do  $ZrO_2$  é amplamente utilizado em prótese dentária e implantes dentários, é prontamente aceito pelos tecidos circundantes (Dubruille et al., 1999; Piconi et al., 1999), sem evidência de toxicidade (Dion et al., 1994). Além disso, é um material bioinerte com alta resistência mecânica, excelente resistência à corrosão e biocompatível (Piconi et al., 1999). É frequentemente usado em próteses de quadril (Dubruille et al., 1999). Por possuir a cor semelhante a do dente e ter baixa afinidade com a placa dentária, o  $ZrO_2$  é particularmente empregado em áreas estéticas importantes da cavidade oral (Ichikawa et al., 1992).

A biocompatibilidade e a osteointegração do  $ZrO_2$  têm sido amplamente demonstradas *in vitro* e *in vivo*. Alguns autores observaram que o  $ZrO_2$  não apresenta efeito citotóxico sobre fibroblastos (Dion et al., 1994) e não induz mutação genética (Silva et al., 2002; Covacci et al., 1999). Quando implantes de  $ZrO_2$  foram inseridos em tecido ósseo e muscular não foram observadas respostas adversas (Akagawa et al., 1993; Akagawa et al., 1998). Bortoluzzi et al. mostraram que o cimento Portland acrescido de 20% de  $ZrO_2$ , mesma porcentagem utilizada neste trabalho, apresenta boa radiopacidade e em acordo com a especificação determinada pela ADA.

Devido às críticas sobre o  $Bi_2O_3$  e os resultados encontrados neste estudo, somado às boas características do  $ZrO_2$  relatadas acima, acreditamos que o  $ZrO_2$  é uma alternativa viável para substituir o  $Bi_2O_3$  na composição do MTA e como radiopacificador para o cimento Portland.

## 6. CONCLUSÕES

Ambos os cimentos com  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , hidratados ou desidratados apresentaram solubilidade nos períodos avaliados, exceto em 28 dias. O MTA com  $\text{ZrO}_2$  foi solúvel hidratado e desidratado, exceto em 28 dias desidratado. O cimento Portland com  $\text{ZrO}_2$  foi solúvel somente quando avaliado desidratado. Houve maior solubilidade dos cimentos quando o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  foi empregado. Os cimentos acrescidos de  $\text{ZrO}_2$  apresentaram menor solubilidade.



## REFERÊNCIAS

- American National Standard. **American Dental Association Specification n° 57 for endodontic filling materials**. Chicago: ADA; 1984.
- Aeinehchi M, Eslami B, Ghanbariha M, Saffar AS. Mineral trioxide aggregate (MTA) and calcium hydroxide as pulp-capping agents in human teeth: a preliminary report. **Int Endod J** 2003; 36: 225-31.
- Angelus. MTA Branco: cimento reparador. Londrina: **Angelus**, 2006.
- Akagawa Y, Ichikawa Y, Nikai H, Tsuru H. Interface histology of unloaded and early loaded partially stabilized zirconia endosseous implant in initial bone healing. **J Prosthet Dent** 1993; 69:599-604.
- Akagawa Y, Hosokawa R, Sato Y, Kamayama K. Comparison between freestanding and tooth-connected partially stabilized zirconia implants after two years' function in monkeys: a clinical and histologic study. **J Prosthet Dent** 1998;80:551-8.
- Aqrabawi J. Sealing ability of amalgam, super EBA cement and MTA when used as retrograde filling materials. **Br Dent J** 2000; 188: 266-8.
- Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. **J Endod** 2005; 31: 101-3.
- Bates CF, Carnes DL, Del Rio CE. Longitudinal sealing ability of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. **J Endod** 1996, 22: 575-8
- Beyer-Olsen EM, Orstavik D. Radiopacity of root canal sealers. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol** 1981; 51: 320-8.
- Bortoluzzi EA, Araújo GS, Tanomaru JMG, Tanomaru-Filho M. (2007) Marginal gingiva discoloration by gray MTA: a case report. **J Endod** 2007; 33: 325-7.

Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, Moraes IG, Bernardineli N. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. **J Endod** 2006; 32: 897-900.

Bortoluzzi EA, Broon NJ, Duarte MAH, Demarchi ACCO, Bramante CM. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. **J Endod**. 2006b; 32: 1194-7.

Bortoluzzi EA, Bramante CM, Consolaro A, Broon NJ, Pinheiro TN. Avaliação da reação do tecido subcutâneo de ratos à implantação dos cimentos MTA e Portland brancos com radiopacificador. **Braz Oral Res** 2005, 19: 121. /Abstract n. Pa084/

Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MA. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**. 2009 Oct;108(4):628-32. Epub 2009 Aug 20.

Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. **J Endod**. 2006; 32: 425-8.

Camilleri J, Montesin FE, Di Silvio L, Pitt Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. **Int Endod J** 2005; 38: 834-42.

Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J** 2007; 40: 462-470.

Camilleri J, Montesin FE, Papaioannou S, McDonald F, Pitt Ford TR. Cytomorphology of osteoblasts exposed to two commercial forms of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J** 2004; 37: 699-704.

Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. **Int Endod J**. 2010 Jan;43(1):21-30. Epub .

Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. **Dent Mater**. 2011 Aug;27(8):845-54. Epub 2011 May 14.

Chng HK, Islam I, Yap AUJ, et al. Properties of new root filling material. **J Endod** 2005;31:665–8.

Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. **J Endod** 2007; 33: 295-8.

Covacci V, Bruzzese N, Maccauro G, Andreassi C, Ricci GA, Piconi C, et al. In vitro evaluation of the mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic. **Biomaterials** 1999;20:371-6.

Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. **Dent Mater**. 2011 May 13.

Danesh G, Dammaschke T, Gerth HUV, et al. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. **Int Endod J** 2006;39:213–9.

Dubruille JH, Viguier E, Le Naour G, Dubruille MT, Auriol M, Le Charpentier Y. Evaluation of combinations of titanium, zirconia, and alumina implants with 2 bone fillers in the dog. **Int J Oral Maxillofac Implants** 1999;14:271-7.

Duarte, MAH ; El Kadre, GDO ; Vivan, RR ; Tanomaru, JMG; Tanomaru, M; de Moraes, IG. Radiopacity of Portland Cement Associated With Different Radiopacifying Agents . **Journal of Endodontics**, 2009; 35: 737-40

Duarte, MAH ; Minotti, PG ; Rodrigues, CT ; Zapata, RO ; Bramante, CM ; Tanomaru, M; Vivan, RR ; de Moraes, IG ; de Andrade, FB .Effect of Different Radiopacifying Agents on the Physicochemical Properties of White Portland Cement and White Mineral Trioxide Aggregate. **Journal Of Endodontics**, 2012;38:394-7

Estrela C, Bammann LL, Estrela CRA, Silva RS, Pécora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, sealapex and Dycal. **Braz Dent J** 2000; 11: 3-9.

Felippe WT, Felipe MCS, Rocha MJC. The effect of mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. **Int Endod J** 2006; 39, 2-9.

Fischer EJ, Arens DE, Miller CH. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as compared with zinc-free amalgam, intermediate restorative material and super-EBA as a root-end filling material. **J Endod** 1998; 24: 176-9.

Fogel HM, Peikoff MD. Microleakage of root-end filling materials. **J Endod** 2001; 27: 456-8.

Fridland M, Rosado R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **J Endod** 2003;29:814–7.

Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. **J Endod**. 2005 May;31(5):376-9.

Holland R, Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, Bernabé PFE, Dezan Júnior E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. **J Endod** 1999; 25: 161-6.

Holland R, Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabé PFE, Otoboni Filho JA, Dezan Junior E. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Braz Dent J** 2001; 12: 109-13.



Ichikawa Y, Akagawa Y, Nikai H, Tsuru H. Tissue compatibility and stability of a new zirconia ceramic in vivo. **J Prosthet Dent** 1992;68:322-6.

Islam I, Chng HK, Yap AUJ. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. **J Endod** 2006;32:193-7.

Kim EC, Lee BC, Chang HS, Lee W, Hong CU, Min KS. Evaluation of the radiopacity and cytotoxicity of Portland cements containing bismuth oxide. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod** 2008; 105: e54-7.

Koh ET, Torabinejad M, Pitt Ford TR, Brady K, McDonald F. Mineral trioxide aggregate stimulates a biological response in human osteoblasts. **J Biomed Mat Res** 1997; 37: 432-9.

Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J Endod** 1993; 19: 541-4.

Lee YL, Lee BS, Lin FH, et al. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. **Biomaterials** 2004;25:787-93.

Menezes R, Bramante CM, Letra A, Carvalho VGG, Garcia RB. Histologic evaluation of pulpotomies in dog using two types of mineral trioxide aggregate and regular and White Portland cements as wound dressings. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod** 2004; 98: 376-9.

Min KS, Chang HS, Bae JM, Park SH, Hong CU, Kim EC. The induction of heme oxygenase-1 modulates bismuth oxide-induced cytotoxicity in human dental pulp cells. **J Endod** 2007; 33: 1342-6.

Morais CAH, Bernardineli N, Garcia RB, Duarte MAH, Guerisoli DMZ. Evaluation of tissue response to MTA and Portland cement with iodoform. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod** 2006; 102: 417-21.

Moretton TR, Brown CE, Legan JJ, Kafrawy AH. Tissue reactions after subcutaneous and intraosseous implantation of mineral trioxide aggregate and ethoxybenzoic acid cement. **J Biom Mat Res** 2000; 52: 528-33.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials** 1999; 20: 1-25.

Saidon J, Jianing H, Zhu Q, Safavi K, Spangberg L. Cell and tissue reactions to mineral aggregate and Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod** 2003; 95: 483-9

Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. **J Endod** 2005; 31:97-100.

Silva VV, Lameiras FS, Lobato ZI. Biological reactivity of zirconia-hydroxyapatite composites. **J Biomed Mater Res** 2002; 63:583-90.

Thomson TS, Berry JE, Somerman MJ, Kirkwood KL. Cementoblasts maintain expression of osteocalcin in the presence of mineral trioxide aggregate. **J Endod** 2003; 29: 407-12.

Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. **J Endod** 1995; 21: 603- 8.

Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. **J Endod** 1999; 25: 197-205.

Trindade AC, Oliveira EPM, Figueiredo JAP. Análise comparativa da resposta tecidual ao agregado trióxido mineral (MTA) e ao cimento Portland, isolado e acrescido de substância radiopacizante. **JB: J Bras Endod** 2003; 4: 309-14.

Wu MK, Kontakiotis EG, Wesselink PR. Long-term seal provided by some root-end filling materials. **J Endod** 1998; 24: 557-60.